

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-303243

(P2001-303243A)

(43)公開日 平成13年10月31日(2001. 10. 31)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト*(参考)
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A 4 K 0 2 9
H 0 1 L 21/203		H 0 1 L 21/203	S 4 M 1 0 4
21/28	3 0 1	21/28	3 0 1 S 5 F 1 0 3
21/285		21/285	S
// C 2 2 C 28/00		C 2 2 C 28/00	Z
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 10 頁)			

(21)出願番号 特願2000-128359(P2000-128359)

(22)出願日 平成12年4月27日(2000. 4. 27)

(71)出願人 000003078

株式会社東芝

東京都港区芝浦一丁目1番1号

(72)発明者 渡辺 高志

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 石上 隆

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(74)代理人 100077849

弁理士 須山 佐一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 スパッタリングターゲットとその製造方法、および電子部品

(57)【要約】

【課題】 金属シリサイドターゲットにおいて、ターゲット内部の組織や状態、さらには加工面（特にスパッタ面）の状態などに起因するパーティクルの発生を抑制する。

【解決手段】  $MSi_x$ （式中、MはW、Mo、Ta、Ti、ZrおよびCoから選ばれる少なくとも1種の元素を、xは2~4の範囲の数を示す）で表される金属シリサイドにより構成され、かつ連鎖状に形成された金属シリサイド相と、過剰なSi粒子が結合して形成され、金属シリサイド相の間隙に不連続に存在するSi相とを含む微細組織を有するスパッタリングターゲットである。この金属シリサイドは、ビッカース硬さで1300Hv以下の硬度を有しており、この低硬度化に基づいて残留応力が開放された状態となっている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式： $MSi_x$

(式中、MはW、Mo、Ta、Ti、Zr、Hf、NiおよびCoから選ばれる少なくとも1種の元素を、xは2～4の範囲の数を示す)で表される金属シリサイドにより構成され、かつ連鎖状に形成された金属シリサイド相と、過剰なSi粒子が結合して形成され、前記金属シリサイド相の間隙に不連続に存在するSi相とを含む微細組織を有するスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲットはビッカース硬さで1300Hv以下の硬度を有することを特徴するスパッタリングターゲット。

【請求項2】 請求項1記載のスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲットのビッカース硬さは1100Hv以下であることを特徴するスパッタリングターゲット。

【請求項3】 請求項1または請求項2記載のスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲット全体のビッカース硬さのバラツキが±20%以内であることを特徴するスパッタリングターゲット。

【請求項4】 請求項1ないし請求項3のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲットのスパッタ面は、最大高さ $R_y$ で表される表面粗さが $2\mu m$ 以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲットのスパッタ面は、ゆがみ値 $R_{sk}$ で表される表面粗さが-3～+3の範囲であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項6】 請求項1記載のスパッタリングターゲットを製造する方法であって、前記金属シリサイドからなるターゲット素材を作製する工程と、前記ターゲット素材を1250℃を超え1400℃以下の温度で熱処理し、前記ターゲット素材の硬度をビッカース硬さで1300Hv以下とする工程と、前記ターゲット素材を所望の寸法に加工する工程とを具備することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項7】 請求項6記載のスパッタリングターゲットの製造方法において、前記ターゲット素材の加工工程で、スパッタ面の表面粗さが最大高さ $R_y$ で $2\mu m$ 以下、ゆがみ値 $R_{sk}$ で-3～+3の範囲となるように、前記ターゲット素材の表面を加工することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項8】 請求項1ないし請求項5のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットを用いて形成した金属シリサイド薄膜を、少なくとも一部として含む電極または配線を有することを特徴とする電子部品。

【請求項9】 請求項8記載の電子部品において、半導体素子であることを特徴とする電子部品。

【請求項10】 請求項8記載の電子部品において、液晶表示素子であることを特徴とする電子部品。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属シリサイドからなるスパッタリングターゲットとその製造方法、およびそれを用いて形成した金属シリサイド薄膜を有する電子部品に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体素子や液晶表示素子などに代表される電子部品においては、配線や電極の形成材料、また素子構成膜などとして、W、Mo、Ta、Ti、Zr、Coなどの高融点金属のシリサイド化合物が使用されている。特に、半導体素子の高集積化、高密度化に伴う電極や配線の細長化によって、電気信号の遅延が問題となっているが、抵抗値の低いWやMoなどの金属シリサイド薄膜は、低抵抗な電極や配線の形成材料として有用である。金属シリサイド薄膜は、エレクトロマイグレーションの抑制などにも効果を発揮する。

【0003】WやMoなどの高融点金属のシリサイド化合物( $WSi_2$ や $MoSi_2$ など)からなる薄膜を形成する方法としては、スパッタリング法とCVD法が代表的な成膜法として挙げられるが、成膜の生産性、安定性、製造コストなどの観点から、特にスパッタリング法が一般的に使用されている。

【0004】上述したような金属シリサイド薄膜をスパッタリング法で形成する場合、金属シリサイドでスパッタリングターゲットの作製する必要がある。ここで、一般的なスパッタリングターゲットの製造方法としては、電子ビーム(EB)溶解などを適用した溶解法、あるいはホットプレス(HP)や熱間静水圧プレス(HIP)などを適用した粉末焼結法が知られている。

【0005】金属シリサイドターゲットを作製する場合には、成膜する金属シリサイド膜の組成制御が容易であることなどから、粉末焼結法が一般的に使用されている(例えば特開平5-214523号公報参照)。具体的には、まずWやMoなどの高融点金属(M)粉末とシリコン(Si)粉末とを、Siの原子比が2～4程度となるように混合し、この混合粉末に熱処理を施して金属シリサイド( $MSi_2$ )の合成反応を行う。得られた金属シリサイド粉末に、さらにシリコン(Si)粉末を加えた後に、HPやHIPなどを適用して高真空中、高圧力下で加圧焼結することによって、金属シリサイドターゲットを作製している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述したような従来の金属シリサイドターゲットは、 $MSi_2$ 相の間隙に微細なSi相を配置する形態をとっている。しかしながら、

従来の粉末焼成法では合成金属シリサイド末にSi粉末を加えて焼結体を作製しているため、例えばMSi<sub>2</sub>の焼結体ではSi相の占容率が8~25%の範囲となり、MSi<sub>2</sub>相に比べてSi相が非常に少なくなってしまう。従って、MSi<sub>2</sub>相の周囲にSi相をくまなく行き渡らせるのが容易ではなく、MSi<sub>2</sub>相同士が凝集したり、また局所的にSi相が存在するなど、不均一な組織を有するシリサイドターゲットとなってしまう。

【0007】また、高融点金属(M)の融点の違いもターゲット性能に大きく影響している。例えば、WSi<sub>2</sub>、MoSi<sub>2</sub>、TiSi<sub>2</sub>、TaSi<sub>2</sub>の各融点は2165℃、2030℃、1540℃、2200℃である。このように、融点が大きく異なるMSi<sub>2</sub>と融点1414℃のSiとを、共晶温度直下で加圧焼結しているため、熱的に安定なMSi<sub>2</sub>粒子間では焼結が進まず、粒子間の結合力が弱くなってしまう。このため、シリサイドターゲット中にボアが残存し、緻密化が不十分となってしまう。

【0008】上述したような従来のシリサイドターゲットを用いてスパッタ成膜を行うと、スパッタ時のAr照射エネルギーにより粒子間の結合が切れ、ターゲットのスパッタ面から欠陥部を起点として破壊、欠落などが生じてしまう。これらはパーティクルの発生原因となる。このパーティクルとは、ターゲットから発生した微細な粒子、例えば直径が0.2~10μm程度の粒子である。このような粒子が成膜した薄膜中に混入すると、配線間のショートや配線のオープン不良などの原因となり、半導体素子や液晶表示素子などの電子部品の製造歩留りを低下させることになる。このようなことから、パーティクルの発生量を大幅に低減することが強く望まれている。

【0009】また、パーティクルの発生原因としては、上記したターゲット組織の不均一性や緻密化不足の他に、焼結により得たターゲット素材(金属シリサイド焼結体)を機械加工で仕上げた際に生じる微小な加工欠陥相、表面状態、残留応力などを挙げることができる。

【0010】すなわち、従来の研削仕上げは、高速回転している研削砥石の硬い砥粒で被加工物を削り取っていく方法であり、このような方法で硬くて脆い金属シリサイド焼結体を加工した場合、不可避免的に粒状チップが加工面から飛散するチッピング現象が起こる。これは、研削時に砥粒の接触応力により加工面に微小なクラックが生じ、砥粒の通過後、応力の急激な開放によりクラックの肩部が押し上げられて破片として離脱することによって生成されるものと考えられる。

【0011】通常、脆性材料の加工にあたっては、砥粒当りの切り込み深さ、または荷重を適当に大きくして、砥粒により誘起される局所応力場にクラックが含まれるくらいにし、材料の微小破碎の集積により加工を進めている。従って、シリサイドターゲットの研削面、例えばスパッタ面には、研削条痕、脱落孔、微小クラックなどが多数発生する。また、加工面には残留応力が生じる。

このようなシリサイドターゲットを用いてスパッタ成膜を行うと、欠陥部を起点として破壊、欠落などが起こり、パーティクルを発生させることになる。

【0012】なお、特開平11-256322号公報には、パーティクルの発生を使用初期から低減するターゲットとして、ターゲット材が化学量論的な高融点金属シリサイドMSi<sub>2</sub>および純シリコンSiで構成されると仮定して計算された理論密度に対するターゲット材の真密度の比である相対密度が100%以上であり、ターゲット材のスパッタ面のX線回折強度測定においてMSi<sub>2</sub>相の(101)ピークの半価幅が0.7deg以下である金属シリサイドターゲットが記載されている。

【0013】上記した公報に記載された金属シリサイドターゲットは、歪を低減することにより初期パーティクルの減少を図ったものであり、そのためにX線回折強度測定における半価幅を規定している。この公報に記載されている製造方法は、鏡面加工後の歪を除去するために、加工後のターゲットに対して800~1250℃の温度で熱処理を施すことが記載されている。

【0014】本発明はこのような課題に対処するためになされたものであって、シリサイドターゲットの内部組織や内部状態、さらには加工面(特にスパッタ面)の状態などに起因するパーティクルの発生を大幅に抑制することを可能にしたスパッタリングターゲット、およびそのようなスパッタリングターゲットの製造方法を提供することを目的としている。さらには、そのようなスパッタリングターゲットを用いることによって、製造歩留りおよび品質の向上を図った電子部品を提供することを目的としている。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記したシリサイドターゲットの内部組織や内部状態に起因すると考えられるパーティクルの発生を抑制するために、種々の検討を重ねた結果、スパッタ時にシリサイドターゲットの内部残留応力が開放されることがパーティクルの発生要因の1つとなっていることを見出した。

【0016】内部残留応力の開放に基づくパーティクルは、予めターゲットの残留応力を開放しておくことで大幅に抑制することができ、さらにこの残留応力の開放状態はターゲットの硬度から判断することができることを、本発明者らは見出した。すなわち、シリサイドターゲットの残留応力を予め開放し、この残留応力の開放に基づいてシリサイドターゲットを低硬度化することによって、上記した応力開放に基づくパーティクルを大幅に抑制することが可能となる。

【0017】また、ターゲット表面を加工するにあたって、残留応力を低減し得るような加工方法を適用し、それに基づいて残留応力の小さい表面状態とすることによって、応力開放に基づくパーティクルの発生量をより一層低減することができる。ターゲット表面(スパッタ

10

20

30

40

50

面)に関しては、大きな凹凸や偏った凹凸がパーティクルの発生原因の1つとなっていることから、このような凹凸を減少させることで、さらにパーティクルの発生量を低減することが可能となる。

【0018】本発明はこのような知見に基づいてなされたもので、本発明のスパッタリングターゲットは請求項1に記載したように、

一般式： $MSi_x$

(式中、MはW、Mo、Ta、Ti、Zr、Hf、NiおよびCoから選ばれる少なくとも1種の元素を、xは2～4の範囲の数を示す)で表される金属シリサイドにより構成され、かつ連鎖状に形成された金属シリサイド相と、過剰なSi粒子が結合して形成され、前記金属シリサイド相の間に不連続に存在するSi相とを含む微細組織を有するスパッタリングターゲットにおいて、前記ターゲットはビッカース硬さで1300Hv以下の硬度を有することを特徴としている。

【0019】このような硬度を有する金属シリサイドターゲットによれば、上記した応力開放に基づくパーティクルの発生量を大幅に低減することができる。また、本発明のスパッタリングターゲットにおいては、さらにターゲット全体のビッカース硬さのバラツキを±20%以内とすることが好ましい。

【0020】本発明のスパッタリングターゲットは、さらに請求項4に記載したように、前記ターゲットのスパッタ面は、最大高さ $R_y$ で表される表面粗さが $2\mu m$ 以下であることを特徴としている。ターゲットのスパッタ面の表面粗さは請求項5に記載したように、最大高さ $R_y$ に加えてゆがみ値 $R_{sk}$ で表される表面粗さを-3～+3の範囲とすることが好ましい。このような表面状態とすることによって、スパッタ面の状態に起因するパーティクルを含めて、パーティクルの発生量をより一層低減することが可能となる。

【0021】また、本発明のスパッタリングターゲットの製造方法は、請求項6に記載したように、上記した本発明のスパッタリングターゲットを製造する方法であって、前記金属シリサイドからなるターゲット素材を作製する工程と、前記ターゲット素材を1250℃を超え1400℃以下の温度で熱処理し、前記ターゲット素材の硬度をビッカース硬さで1300Hv以下とする工程と、前記ターゲット素材を所望の寸法に加工する工程とを具備することを特徴としている。

【0022】本発明の電子部品は、請求項8に記載したように、上記した本発明のスパッタリングターゲットを用いて形成した金属シリサイド薄膜を、少なくとも一部として含む電極または配線を有することを特徴としている。このような電子部品の具体例としては、半導体素子や液晶表示素子が挙げられる。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施するための形

態について説明する。

【0024】本発明のスパッタリングターゲットは、一般式： $MSi_x$  …(1)

(式中、MはW、Mo、Ta、Ti、Zr、Hf、NiおよびCoから選ばれる少なくとも1種の元素を、xは2～4の範囲の数を示す)で表される金属シリサイドからなるものである。

【0025】ここで、xの値は基本的には $MSi_2$ を構成するSi量と過剰のSi量とから設定されるものである。xの値が2未満であると、目的とする金属シリサイド( $MSi_2$ )薄膜を再現性よく得ることができない。一方、xの値が4.0を超えると、過剰のSi量が多すぎることにより抵抗値が高くなり、素子に悪影響を及ぼすおそれがある。xの値は2.5～3.2の範囲とすることがさらに好ましい。

【0026】本発明による金属シリサイドターゲットは、上記した過剰のSiに基づいて、連鎖状に形成された $MSi_2$ 相(金属シリサイド相)の間に、過剰なSi粒子が結合して形成されたSi相を不連続に存在させた微細組織を有している。 $MSi_2$ 相の間にSi相を不連続に存在させることによって、 $MSi_2$ 相間の結合状態を高めることができる。

【0027】本発明のスパッタリングターゲットにおいては、上述した過剰のSiを含む金属シリサイド( $MSi_2 + Si$ )からなり、かつ $MSi_2$ 相とSi相とを含む微細組織を有する金属シリサイドターゲットの硬度を、ビッカース硬さで1300Hv以下としている。

【0028】ここで、本発明で規定するターゲットの硬度は、以下に示す方法により測定された値とする。すなわち、図1に示すように、例えば円板状ターゲットの中心部(位置1)と、中心部を通り円周を均等に分割した4本の直線上の外周近傍位置(位置2～9)およびその1/2の距離の位置(位置10～17)とから、それぞれ長さ10mm、幅10mmの試験片を採取し、これら17点の試験片のスパッタ面の硬度を次に示すビッカース硬さの測定条件で測定し、これらの測定値を平均した値を示すものとする。さらに、後述するターゲット全体のビッカース硬さのバラツキは、上記した17点の試験片から求めたビッカース硬さの最大値および最小値から、{(最大値-最小値)/(最大値+最小値)}×100の式に基づいて求めた値を示すものとする。

【0029】本発明におけるビッカース硬さは、ビッカース硬さ試験機を用いて、試験荷重500gf、時間15s、室温の条件下で測定した値を示すものとする。なお、本発明の金属シリサイドターゲットは、上述したように微細組織中に高硬度の $MSi_2$ 相と低硬度のSi相とを有しているため、ビッカース硬さの測定は1つの試験片で測定箇所を変えて10点測定し、それを平均した値を各試験片の硬さとする。

【0030】金属シリサイドターゲットにおけるパーテ

ィクルの発生原因の1つとして、スパッタ時にターゲットの内部残留応力が開放されることが挙げられる。すなわち、ターゲット素材の作製工程や所望形状への加工工程（表面の仕上げ加工を含む）で生じた残留応力が、スパッタ時のAr照射エネルギーにより開放され、この応力開放に伴ってスパッタ面で破壊や欠落などが生じる。このスパッタ面での破壊や欠落などにより生じた異物がパーティクルとして、成膜した金属シリサイド膜中に混入して問題を引き起こす。

【0031】上述した応力開放に基づいて発生するパーティクル数は、予め金属シリサイドターゲットの残留応力を開放しておき、スパッタエネルギーによる応力開放を抑えることによって、大幅に低減することが可能となる。ターゲットの残留応力は、例えばホットプレス（HP）処理や熱間静水圧プレス（HIP）処理により焼結されて作製された、金属シリサイドからなるターゲット素材に対して、その焼結後に1250℃を超え1400℃以下の温度で熱処理し、少なくとも表面部を軟化させる、すなわち最終的に得られるターゲットのビッカース硬さを1300Hv以下にすることによって、大幅に低減（応力開放）

【0032】応力開放（軟化）のための熱処理の温度が1400℃を超えると、遊離Siが溶出してしまい、ターゲット組織に悪影響を及ぼす。一方、1250℃以下では十分な応力開放効果を得ることができない。言い換えると、金属シリサイドターゲットを十分に軟化させることができない。熱処理温度は1250℃を超え1350℃以下とすることがより好ましく、さらに好ましくは1300～1350℃の範囲である。

【0033】このように、応力開放のための熱処理を施した金属シリサイドターゲットは、熱処理前に比べて硬度が低下する。そして、金属シリサイドターゲットの硬度を低下させることによって、スパッタ時の残留応力の開放に基づくパーティクルの発生を大幅に抑制することが可能となる。硬度の低下に基づくパーティクルの抑制効果は、金属シリサイドターゲットの硬度をビッカース硬さで1300Hv以下とすることで顕著に得ることができる。

【0034】すなわち、上述したような測定法に基づくビッカース硬さが1300Hv以下の金属シリサイドターゲットによれば、スパッタ時の応力開放に基づくパーティクルの発生を大幅に抑制することが可能となる。パーティクルの抑制効果をより一層高める上で、金属シリサイドターゲットの硬度はビッカース硬さで1100Hv以下、さらには1000Hv以下とすることがより好ましい。

【0035】さらに、金属シリサイドターゲットの硬度は、ターゲット全体のビッカース硬さのバラツキとして

±20%以内とすることが好ましい。なお、ビッカース硬さのバラツキは前述した方法により定義されるものである。このように、ターゲット全体の硬度を平均的に低下させることによって、ターゲット中の各部位によるパーティクルの発生量のバラツキを抑えることができる。すなわち、金属シリサイドターゲット全体としてパーティクルの発生量の抑制することができ、より高品質な金属シリサイド薄膜を得ることができる。ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは±15%以内、さらには±10%以内とすることがより好ましい。

【0036】本発明のスパッタリングターゲット（金属シリサイドターゲット）においては、スパッタ面の表面粗さを最大高さRyで2μm以下とすることが好ましい。また、スパッタ面の表面粗さは最大高さRyに加えて、ゆがみ値Rskで表される表面粗さを-3～+3の範囲とすることがさらに好ましい。

【0037】すなわち、ターゲット表面の残留応力の大きさは、表面の加工方法によって大きく異なってくる。従来の表面研削のように、高速回転している研削砥石の硬い砥粒で被加工物を削り取っていく方法では、加工面に研削条痕、脱落孔、微小クラックなどが多数発生すると共に、大きな残留応力が発生する。

【0038】これに対して、ターゲット素材を所望の寸法に機械加工した後、ラッピング加工、ポリッシング加工、CMPなどで表面を仕上げることによって、加工面を平滑化することができると共に、ターゲット表面（特にスパッタ面）の残留応力を低減することが可能となる。言い換えると、スパッタ面の表面粗さが最大高さRyで2μm以下、さらにゆがみ値Rskで-3～+3の範囲となるように、ターゲット表面を加工することによって、残留応力の発生自体を抑えることが可能となる。従って、スパッタ面の表面粗さを上述したような範囲とすることによって、スパッタ成膜時のパーティクルの発生数をさらに低減することができる。

【0039】さらに、スパッタ面に存在する大きな凹凸は、それ自体パーティクルの発生原因となる。すなわち、金属シリサイドターゲットのスパッタ面の状態に起因するパーティクルは、比較的大きな凹凸の存在に基づいて異常放電が生じ、この異常放電により凸部先端が脱落して塊状の異物を発生させたり、あるいは異常放電自体が微細なダストを発生させることによるものである。従って、上記したような異常放電の原因となる大きな凹凸を除去することによって、スパッタ面の状態に起因するパーティクルの発生を抑制することが可能となる。

【0040】ここで、最大高さRyは表面に存在する最大の凹凸高さを表したものである。具体的には、粗さ曲線からその平均線の方に基準線Lだけ抜き取り、この抜き取り部分の平均線から最も高い山頂までの高さ（Yp）と最も低い谷底までの深さ（Yv）との和（Ry=Yp+Yv）で表される。このような最大高さRyを2μm以下

10

20

30

40

50

とすることによって、すなわちスパッタ面から大きな凹凸を除くことによって、パーティクルの発生をさらに抑制することが可能となる。スパッタ面の最大高さ $R_y$ は $1.5\mu\text{m}$ 以下、さらには $1\mu\text{m}$ 以下とすることがより好ましい。

【0041】なお、前述した特開平5-214523号公報には、表面加工状態の一つの指標として、算術平均粗さ $R_a$ を $0.05\mu\text{m}$ 以下とすることが記載されている。しかしながら、表面粗さ $R_a$ は粗さ曲線を平均化した値であるため、スパッタ面にいくつかの大きな凹凸が存在していても、 $R_a$ 値からは判断することができない。従って、このような表面粗さの規定だけでは、上記したような異常放電を再現性よく抑制することはできない。

【0042】また、ゆがみ値 $R_{sk}$ は表面のゆがみを表した値であり、振幅分布曲線と呼ばれる粗さ曲線の最も高い山頂と最も低い谷底との間を等間隔に分割し、2本の平行線内の領域に存在するデータの数( $n$ )と全データ数( $N$ )との比を横軸に、粗さ曲線の高さ方向( $Y$ )を縦軸にとってプロットしたものに対して、上下方向の偏りを表すものであり、下記の(2)式により表現されるものである。

【0043】

【式1】

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3} \cdot \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n Y_i^3 \quad \dots(2)$$

(式中、 $R_q$ は二乗平均粗さである)

上記したゆがみ値 $R_{sk}$ がプラスの値を示したときは全体に上方に山が多いことを表し、マイナスの値を示したときは下方にへこみが多いことを表している。このようなゆがみ値 $R_{sk}$ が+3を超える場合や-3より小さい場合には、凹凸の偏りに基づいて、スパッタ面の状態に起因するパーティクルの発生数が増大する。言い換えると、スパッタ面のゆがみ値 $R_{sk}$ を-3~+3の範囲とすることによって、パーティクル発生数をより一層低減することが可能となる。スパッタ面のゆがみ値 $R_{sk}$ は-1~+1の範囲、さらには-0.5~+0.5の範囲とすることがより好ましい。

【0044】なお、本発明で規定するスパッタ面の表面粗さは、スパッタリングターゲットのスパッタ面の各表面粗さ、すなわち最大高さ $R_y$ 、ゆがみ値 $R_{sk}$ を、それぞれ以下の方法により測定した値とする。図1に示すように、例えば円板状ターゲットの中心部(位置1)と、中心部を通り円周を均等に分割した4本の直線上の外周近傍位置(位置2~9)およびその1/2の距離の位置(位置10~17)とから、それぞれ長さ10mm、幅10mmの試験片を採取し、これら17点の試験片のスパッタ面の各表面粗さを常法の触針法で測定し、これら各測定値をそれぞれ平均する。これらの各平均値をスパッタ面の各表面粗さとする。

【0045】本発明の金属シリサイドからなるスパッタ

リングターゲットは、例えば以下のようにして製造することができる。

【0046】すなわち、まず原料となるM元素粉末とSi粉末とを、所望の組成比となるように混合する。これら原料粉末の粒径(最大粒径)は、良好な混合状態を得る上で $10\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい。このような混合粉末にM元素に応じた温度で熱処理を施して、金属シリサイド( $MSi_x = MSi_2 + Si_{x-2}$ )を合成する。

【0047】次いで、上記した金属シリサイドの仮焼体を粉砕して、金属シリサイド粉末とする。得られた金属シリサイド粉末を例えば黒鉛製の成型用型に充填してホットプレスする。あるいは、金属シリサイド粉末にHIP処理を施す。なお、得られた金属シリサイド粉末に対して、組成調整のためにSi粉末を添加して原料粉末としてもよいが、ターゲット組織を均一化する上で、合成反応により得られた金属シリサイド粉末を単独で原料粉末として使用することが好ましい。

【0048】次に、焼結工程により得られたターゲット素材(金属シリサイド焼結体)に対して軟化のための熱処理、言い換えると残留応力の開放のための熱処理を施す。この熱処理は $7 \times 10^{-2}$  Pa以下の真空中にて、 $1250^\circ\text{C}$ を超え $1400^\circ\text{C}$ 以下の温度で実施することが好ましい。前述したように、熱処理温度が $1400^\circ\text{C}$ を超えると、遊離Siが溶出してしまう。一方、 $1250^\circ\text{C}$ 以下では十分に軟化させることができない。熱処理時間は2~10時間程度とすることが好ましい。より好ましくは3~7時間、さらには4~6時間とすることが望ましい。

【0049】この後、熱処理したターゲット素材に対して機械加工を施し、所望のターゲット寸法とし、さらにスパッタ面を仕上げ加工する。このスパッタ面の表面加工には、前述したようにラッピング加工、ポリッシング加工、CMPなどを適用することが好ましい。これらの仕上げ加工はラッピング、ポリッシング、CMPの順で研磨量が少なくなるため、仕上げ面(スパッタ面)の微細性が向上すると共に、残留応力も小さくなる。これらは併用することも可能である。表面仕上げ工程は、前述したようにスパッタ面の表面粗さが、最大高さ $R_y$ で $2\mu\text{m}$ 以下、さらにゆがみ値 $R_{sk}$ で-3~+3の範囲となるように実施することが好ましい。

【0050】

【実施例】次に、本発明の具体的な実施例について説明する。

【0051】実施例1

まず、最大粒径 $10\mu\text{m}$ 程度の高純度W粉末と、最大粒径 $30\mu\text{m}$ 以下のSi粉末とを、Si/Wの原子比(x)が2.8となるように配合し、これを高純度Arガスで置換したボールミルで48時間混合した。この混合粉末を $1200^\circ\text{C} \times 1\text{h}$ の条件でシリサイド反応熱処理し、得られた仮焼体を96hの条件で粉砕して、Wシリサイド粉末を得た。このWシリサイド粉末を黒鉛製の成型用型内に充填した

後、ホットプレス装置にセットし、 $5 \times 10^{-4}$  Pa以下の真空中にて34MPaの圧力を印加しながら1380℃×5hの熱処理条件で緻密化焼結を行った。

【0052】次いで、Wシリサイド焼結体（ターゲット素材）に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1300℃×2hの条件で軟化熱処理を施した。

【0053】この後、熱処理したWシリサイド焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工した後、スパッタ面をポリッシング加工により面仕上げした。仕上げ加工後のスパッタ面の表面粗さを、ティーラーホブソン社製S4Cを用いた触針法により測定したところ、最大高さRyは1.08μm、ゆがみ値Rskは-0.5であった。

【0054】このようにして得たWシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を、Cu製バックングプレートに接合した後、スパッタリング装置にセットした。このようなスパッタリング装置を用いて、5インチSiウェーハ上に厚さ200nmのWシリサイド膜を成膜した。スパッタリング条件は、Ar圧=0.2Pa、Ar流量=80sccm、Power=0.5kWとした。スパッタ成膜は24枚のSiウェーハに対して順に行い、各Siウェーハ上のWシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数を調べ、その平均値を求めた。その結果、0.2μm以上のパーティクル数は5個/枚であった。

【0055】また、上記した製造条件と同一条件で作製したWシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって、ビッカース硬さ試験機（島津微小硬度計：HMV-2000）にて測定した。その結果、Wシリサイドターゲットのビッカース硬さは950HVであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは5%であった。

#### 【0056】実施例2

実施例1と同一条件で作製したWシリサイド焼結体に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1250℃×2hの条件で軟化熱処理を施した後、所望のターゲット寸法に機械加工し、さらにスパッタ面をCMP（Chemical Mechanical Polishing）で仕上げ加工してWシリサイドターゲットとした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyは1.57μm、ゆがみ値Rskは-0.8であった。

【0057】このようにして得たWシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例1と同一条件でWシリサイド膜を成膜し、Wシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べたところ、0.2μm以上のパーティクル数は10個/枚であった。

【0058】また、上記した製造条件と同一条件で作製したWシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、Wシリサイドターゲットのビッカース硬さは1020HVであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは10%であった。

#### 【0059】比較例1、2

実施例1と同一条件で作製したWシリサイドの焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工した後、スパッタ面を研削加工により面仕上げして、Wシリサイドターゲット（比較例1）とした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyが3.12μm、ゆがみ値Rskが+4.2であった。これとは別に、実施例1と同一条件でスパッタ面を仕上げ加工してWシリサイドターゲット（比較例2）とした。このスパッタ面の表面粗さは実施例1とほぼ同等であり、最大高さRyは1.23μm、ゆがみ値Rskは-0.8であった。なお、これら比較例1、2によるWシリサイドターゲットには、いずれも軟化熱処理を施していない。

【0060】このようにして得た各Wシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例1と同一条件でWシリサイド膜を成膜し、Wシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べた。その結果、比較例1では0.2μm以上のパーティクル数は72個/枚、比較例2では0.2μm以上のパーティクル数は60個/枚であった。

【0061】また、上記した製造条件と同一条件で作製したWシリサイドターゲットをそれぞれ用意し、これらのターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、比較例1のWシリサイドターゲットのビッカース硬さは1490HVで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは12%であった。また、比較例2のWシリサイドターゲットのビッカース硬さは1390HVで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは25%であった。

#### 【0062】実施例3

まず、最大粒径20μm程度の高純度Mo粉末と、最大粒径30μm以下のSi粉末とを、Si/Moの原子比（x）が2.7となるように配合し、これを高純度Arガスで置換したボールミルで48時間混合した。この混合粉末を1150℃×1hの条件でシリサイド反応熱処理し、得られた仮焼体を96hの条件で粉砕して、Moシリサイド粉末を得た。このMoシリサイド粉末を黒鉛製の成型用型内に充填した後、ホットプレス装置にセットして、 $5 \times 10^{-4}$  Pa以下の真空中にて34MPaの圧力を印加しながら1350℃×5hの熱処理条件で緻密化焼結を行った。

【0063】次いで、Moシリサイド焼結体（ターゲット素材）に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1200℃×2hの条件で軟化熱処理を施した。

【0064】この後、熱処理したMoシリサイドの焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工し、さらにスパッタ面をポリッシング加工により面仕上げした。仕上げ加工後のスパッタ面の表面粗さを前述の方法で測定したところ、最大高さRyは1.28μm、ゆがみ値Rskは-0.2であった。

【0065】このようにして得たMoシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を、Cu製バックングプレ

ートに接合した後、スパッタリング装置にセットした。このようなスパッタリング装置を用いて、5インチSiウェーハ上に厚さ200nmのMoシリサイド膜を成膜した。スパッタリング条件は、Ar圧=0.2Pa、Ar流量=80sccm、Power=0.5kWとした。スパッタ成膜は24枚のSiウェーハに対して順に行い、各Siウェーハ上のMoシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数を調べ、その平均値を求めた。その結果、0.2μm以上のパーティクル数は19個/枚であった。

【0066】また、上記した製造条件と同一条件で作製したMoシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、Moシリサイドターゲットのビッカース硬さは1020Hvであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは10%であった。

#### 【0067】実施例4

実施例3と同一条件で作製したMoシリサイド焼結体に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1350℃×4hの条件で軟化熱処理を施した後、所望のターゲット寸法に機械加工し、さらにスパッタ面をCMPで仕上げ加工してMoシリサイドターゲットとした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyは1.18μm、ゆがみ値Rskは-0.5であった。

【0068】このようにして得たMoシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例3と同一条件でMoシリサイド膜を成膜し、Moシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べたところ、0.2μm以上のパーティクル数は14個/枚であった。

【0069】また、上記した製造条件と同一条件で作製したMoシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、Moシリサイドターゲットのビッカース硬さは998Hvであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは14%であった。

#### 【0070】比較例3、4

実施例3と同一条件で作製したMoシリサイドの焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工した後、スパッタ面を研削加工により面仕上げして、Moシリサイドターゲット（比較例3）とした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyが2.1μm、ゆがみ値Rskが-4.1であった。これとは別に、実施例3と同一条件でスパッタ面を仕上げ加工してMoシリサイドターゲット（比較例4）とした。スパッタ面の表面粗さは実施例3とほぼ同等であり、最大高さRyは1.31μm、ゆがみ値Rskは-1.5であった。なお、これら比較例3、4によるMoシリサイドターゲットには、いずれも軟化熱処理を施していない。

【0071】このようにして得た各Moシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例3と同一条件でMoシリサイド膜を成膜し、Moシリサイド膜

中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べた。その結果、比較例3では0.2μm以上のパーティクル数は174個/枚、比較例4では0.2μm以上のパーティクル数は85個/枚であった。

【0072】また、上記した製造条件と同一条件で作製したMoシリサイドターゲットをそれぞれ用意し、これらのターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、比較例3のMoシリサイドターゲットのビッカース硬さは1320Hvで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは18%であった。また、比較例4のMoシリサイドターゲットのビッカース硬さは1400Hvで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは25%であった。

#### 【0073】実施例5

まず、最大粒径20μm程度の高純度Ta粉末と、最大粒径30μm以下のSi粉末とを、Si/Taの原子比（x）が2.6となるように配合し、これを高純度Arガスで置換したボールミルで48時間混合した。この混合粉末を1250℃×0.5hの条件でシリサイド反応熱処理し、得られた仮焼体を96hの条件で粉碎して、Taシリサイド粉末を得た。このTaシリサイド粉末を黒鉛製の成型用型内に充填した後、ホットプレス装置にセットして、 $5 \times 10^{-4}$  Pa以下の真空中にて34MPaの圧力を印加しながら1400℃×5hの熱処理条件で緻密化焼結を行った。

【0074】次いで、Taシリサイド焼結体（ターゲット素材）に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1350℃×2hの条件で軟化熱処理を施した。

【0075】この後、熱処理したTaシリサイド焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工し、さらにスパッタ面をポリッシング加工により面仕上げした。仕上げ加工後のスパッタ面の表面粗さを前述の方法により測定したところ、最大高さRyは1.14μm、ゆがみ値Rskは+2.3であった。

【0076】このようにして得たTaシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を、Cu製バックングプレートに接合した後、スパッタリング装置にセットした。このようなスパッタリング装置を用いて、5インチSiウェーハ上に厚さ200nmのTaシリサイド膜を成膜した。スパッタリング条件は、Ar圧=0.2Pa、Ar流量=80sccm、Power=0.5kWとした。スパッタ成膜は24枚のSiウェーハに対して順に行い、各Siウェーハ上のTaシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数を調べ、その平均値を求めた。その結果、0.2μm以上のパーティクル数は10個/枚であった。

【0077】また、上記した製造条件と同一条件で作製したTaシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、Taシリサイドターゲットのビッカース硬さは1270Hvであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは15%であった。



## 【0078】実施例6

実施例5と同一条件で作製したTaシリサイド焼結体に対して、 $5 \times 10^{-2}$  Paの真空中にて1300℃×4hの条件で軟化熱処理を施した後、所望のターゲット寸法に機械加工し、さらにスパッタ面をCMPで仕上げ加工してTaシリサイドターゲットとした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyは1.05μm、ゆがみ値Rskは+1.4であった。

【0079】このようにして得たTaシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例5と同一条件でTaシリサイド膜を成膜し、Taシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べたところ、0.2μm以上のパーティクル数は16個/枚であった。

【0080】また、上記した製造条件と同一条件で作製したTaシリサイドターゲットを用意し、このターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、Taシリサイドターゲットのビッカース硬さは1250 Hvであり、またターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは5%であった。

## 【0081】比較例5、6

実施例5と同一条件で作製したTaシリサイドの焼結体を所望のターゲット寸法に機械加工した後、スパッタ面を研削加工により面仕上げして、Taシリサイドターゲット（比較例5）とした。このスパッタ面の表面粗さは、最大高さRyが2.1μm、ゆがみ値Rskが+5.4であった。これとは別に、実施例5と同一条件でスパッタ面を仕上げ加工してTaシリサイドターゲット（比較例6）とした。スパッタ面の表面粗さは実施例5とほぼ同等であり、最大高さRyは1.41μm、ゆがみ値Rskは+0.9であった。なお、これら比較例5、6によるTaシリサイドターゲットには、いずれも軟化熱処理を施していない。

【0082】このようにして得た各Taシリサイドターゲット（直径127mm×厚さ6mm）を用いて、実施例5と同\*

\* 一条件でTaシリサイド膜を成膜し、Taシリサイド膜中に存在する0.2μm以上のパーティクル数（平均値）を調べた。その結果、比較例5では0.2μm以上のパーティクル数は108個/枚、比較例6では0.2μm以上のパーティクル数は88個/枚であった。

【0083】また、上記した製造条件と同一条件で作製したTaシリサイドターゲットをそれぞれ用意し、これらのターゲットの硬度を前述した方法にしたがって測定した。その結果、比較例5のTaシリサイドターゲットのビッカース硬さは1574 Hvで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは35%であった。また、比較例6のTaシリサイドターゲットのビッカース硬さは1500 Hvで、ターゲット全体としてのビッカース硬さのバラツキは32%であった。

【0084】さらに、上記した各実施例によるシリサイドターゲットを用いて、半導体素子および液晶表示素子の電極および配線を形成することによって、半導体素子および液晶表示素子の歩留りや品質を高めることができることを確認した。すなわち、高品質の電子部品を高歩留りで得ることができる。

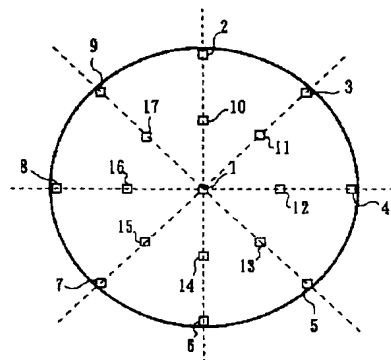
## 【0085】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のスパッタリングターゲットによれば、ターゲットの残留応力に起因するパーティクルの発生を大幅に抑制することができる。さらにはスパッタ面の形態などに起因するパーティクルの発生も抑制することができる。従って、半導体素子や液晶表示素子などに代表される電子部品の配線、電極、素子構成膜などとして使用される金属シリサイド薄膜の品質を大幅に向上させることが可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のスパッタリングターゲットにおける硬度および表面粗さの測定方法を説明するための図である。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 高阪 泰郎  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株  
式会社東芝横浜事業所内  
(72)発明者 藤岡 直美  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 鈴木 幸伸  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株  
式会社東芝横浜事業所内  
F ターム(参考) 4K029 BA35 BA52 BD02 CA05 DC05  
DC09 DC12  
4M104 BB20 BB21 BB24 BB25 BB26  
BB27 BB28 DD40 HH20  
5F103 AA08 BB22 DD30 GG02 GG03  
HH03 LL14 RR04 RR06

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-303243

(43)Date of publication of application : 31.10.2001

(51)Int.Cl.

C23C 14/34  
H01L 21/203  
H01L 21/28  
H01L 21/285  
// C22C 28/00

(21)Application number : 2000-128359 (71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 27.04.2000 (72)Inventor : WATANABE TAKASHI  
ISHIGAMI TAKASHI  
KOSAKA YASUO  
FUJIOKA NAOMI  
SUZUKI YUKINOBU

(54) SPUTTERING TARGET, METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME AND ELECTRONIC PARTS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress the generation of particles caused by the state of the tissue and its working surface (more particularly its sputtering surface, etc.), in a metal silicide target.

SOLUTION: This sputtering target has the fine structure containing the metal silicide phase which is composed of the metal silicide expressed by  $MS_x$  (where, M denotes at least one element selected from W, Mo, Ta, Ti Zr and Co and x denotes a number ranging from 2 to 4) and is formed to a chain form and the Si phase which is formed by bonding of excessive Si particles and exist discontinuously in the spacings of the metal silicide phase. This metal silicide has hardness below 1,300 Hv in Vickers hardness and is in the state in which residual stress is released in accordance with this lower hardness.

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1]A sputtering target which carries out the feature of said target having the hardness of 1300 or less Hv by Vickers hardness number in a sputtering target characterized by comprising the following which has fine texture.

A general formula: A metal silicide phase which was constituted by metal silicide expressed with  $MSi_x$  (x shows the number of the ranges of 2-4 for at least one sort of elements in which M is chosen from W, Mo, Ta, Ti, Zr, Hf, nickel, and Co among a formula), and was formed in the shape of a chain.

Si phase which superfluous Si grain joins together, is formed and exists in a gap of said metal silicide phase discontinuously.

[Claim 2]A sputtering target which carries out the feature of Vickers hardness number of said target being 1100 or less Hv in the sputtering target according to claim 1.

[Claim 3]A sputtering target which carries out the feature of variation in Vickers hardness number of said whole target being less than \*\*20% in the sputtering target according to claim 1 or 2.

[Claim 4]A sputtering target in which surface roughness to which a sputtering surface of said target is expressed with the maximum height  $R_y$  is characterized by being 2 micrometers or less in a sputtering target of claim 1 thru/or claim 3 given in any 1 paragraph.

[Claim 5]A sputtering target in which surface roughness to which a sputtering surface of said target is expressed with the distortion value  $R_{sk}$  is characterized by being the range of -3 - +3 in a sputtering target of claim 1 thru/or claim 4 given in any 1 paragraph.

[Claim 6]A method characterized by comprising the following of manufacturing the sputtering target according to claim 1.

A process of producing a target material which consists of said metal silicide.

A process of exceeding 1250 \*\*, heat-treating said target material at temperature of 1400 \*\* or less, and setting hardness of said target material to 1300 or less Hv by Vickers hardness

number.

A process of processing a size of a request of said target material.

[Claim 7]In a manufacturing method of the sputtering target according to claim 6, by a work process of said target material. A manufacturing method of a sputtering target characterized by processing the surface of said target material so that surface roughness of a sputtering surface may be set to 2 micrometers or less with the maximum height  $R_y$  and may serve as the range of  $-3 - +3$  with the distortion value  $R_{sk}$ .

[Claim 8]Electronic parts having an electrode or wiring which makes a part a metallic silicide thin film formed using a sputtering target of claim 1 thru/or claim 5 given in any 1 paragraph at least, and contains it.

[Claim 9]Electronic parts characterized by being a semiconductor device in the electronic parts according to claim 8.

[Claim 10]Electronic parts characterized by being a liquid crystal display element in the electronic parts according to claim 8.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the electronic parts which have a sputtering target which consists of metal silicide, its manufacturing method, and the metallic silicide thin film formed using it.

[0002]

[Description of the Prior Art]In the electronic parts represented by a semiconductor device, liquid crystal display element, etc., the silicide compound of refractory metals, such as W, Mo, Ta, Ti, Zr, and Co, is used as wiring, the formation material of an electrode, an element composition film, etc. Although delay of the electrical signal poses a problem especially by thin length-ization of an electrode or wiring accompanying high integration of a semiconductor device, and densification, metallic silicide thin films, such as W with low resistance and Mo, are useful as a low resistance electrode or a formation material of wiring. A metallic silicide thin film demonstrates an effect to control of electromigration, etc.

[0003]Although sputtering process and a CVD method are mentioned as a typical forming-membranes method as a method of forming the thin film which consists of silicide compounds ( $WSi_2$ ,  $MoSi_2$ , etc.) of refractory metals, such as W and Mo, Especially sputtering process is generally used from viewpoints of the productivity of membrane formation, stability, a manufacturing cost, etc.

[0004]When forming a metallic silicide thin film which was mentioned above by sputtering process, there is the necessity that a sputtering target produces by metal silicide. Here, the powder sintering process which applied the solution process which applied the electron beam (EB) dissolution etc. or the hotpress (H.P.), the hot isostatic press (HIP), etc. as a manufacturing method of a common sputtering target is known.

[0005]Since the composition control of the metal silicide film which forms membranes is easy when producing a metal silicide target, the powder sintering process is generally used (for example, refer to JP,5-214523,A). First, refractory metal (M) powder, such as W and Mo, and silicon (Si) powder are specifically mixed so that the atomic ratio of Si may become

two to about four, and it heat-treats to this powder mixture, and the synthetic reaction of metal silicide ( $\text{MSi}_2$ ) is performed. The metal silicide target is produced by carrying out pressure sintering to it in a high vacuum and under high pressure force with the application of HP, HIP, etc., after adding silicon (Si) powder to the obtained metal silicide powder further.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]The conventional metal silicide target which was mentioned above has taken the gestalt which arranges detailed Si phase in the gap of a  $\text{MSi}_2$  phase. However, by the conventional powder calcinating method, since Si powder is added in the end of synthetic metal silicide and the sintered compact is produced, for example in the sintered compact of  $\text{MSi}_{2.2-3}$ , it will be a range whose fortune-telling floor area ratio of Si phase is 8 to 25%, and Si phase will decrease dramatically compared with a  $\text{MSi}_2$  phase. Therefore, it will be a silicide target which has an uneven organization -- it is not easy for the circumference of a  $\text{MSi}_2$  phase to spread Si phase everywhere, and  $\text{MSi}_2$  phases condense, and Si phase exists locally.

[0007]The difference in the melting point of a refractory metal (M) has also influenced the target performance greatly. For example, each melting point of  $\text{WSi}_2$ ,  $\text{MoSi}_2$ ,  $\text{TiSi}_2$ , and  $\text{TaSi}_2$  is 2165 \*\*, 2030 \*\*, 1540 \*\*, and 2200 \*\*. Thus, since the melting point is carrying out pressure sintering of greatly different  $\text{MSi}_2$  and Si with a melting point of 1414 \*\* directly under eutectic temperature, thermally, among stable  $\text{MSi}_2$  particles, sintering will not progress but the associative strength between particles will become weak. For this reason, pore will remain in a silicide target and elaborating will become insufficient.

[0008]If weld slag membrane formation is performed using the conventional silicide target which was mentioned above, combination between particles will go out with Ar irradiation energy at the time of weld slag, and destruction, lack, etc. will arise from the sputtering surface of a target with a defective part as the starting point. These serve as a generation cause of particle. This particle is the detailed particles generated from the target, for example, particles about 0.2-10 micrometers in diameter. When it mixes into the thin film which such particles formed, it becomes causes, such as a short circuit between wiring, and open fault of wiring, and the manufacturing yield of electronic parts, such as a semiconductor device and a liquid crystal display element, is made to fall. Since it is such, to reduce the yield of particle substantially is desired strongly.

[0009]A minute processing defect phase, a surface state, remaining stress, etc. which are produced when the target material (metal silicide sintered compact) which the heterogeneity of the above-mentioned target organization and eburnation were insufficient as a generation cause of particle, and also was obtained by sintering is finished by machining can be mentioned.

[0010]That is, the conventional grinding finishing is the method of shaving off the workpiece with the hard abrasive grain of the grinding stone which is carrying out the high velocity revolution, and when a metal silicide sintered compact hard by such a method and weak is processed, the chipping phenomenon in which a granular chip disperses from a processed surface unescapable happens. A minute crack arises in a processed surface with the contact stress of an abrasive grain at the time of grinding, and this is considered to be generated by the shoulder of a crack being pushed up by rapid opening of stress, and breaking away as a fragment after passage of an abrasive grain.

[0011]Usually, the slitting depth per abrasive grain or load is enlarged suitably, in processing of a brittle material, it carries out to the extent that a crack is contained in the partial stress field induced with an abrasive grain, and processing is advanced by accumulation of minute crushing of material. Therefore, many grinding marks, omission holes, minute cracks, etc. occur in the grinding side of a silicide target, for example, a sputtering surface. Remaining stress arises in a processed surface. When weld slag membrane formation is performed using such a silicide target, destruction, lack, etc. take place with a defective part as the starting point, and particle is made generated.

[0012]To JP,11-256322,A. As a target reduced from initial use, generating of particle, The relative density which is a ratio of the true density of a target material to the theoretical density which a target material assumes to comprise stoichiometrical high-melting point metal silicide  $\text{MSi}_2$  and pure silicon Si, and by which it was calculated is not less than 100%, In the X diffraction intensity measurement of the sputtering surface of a target material, the metal silicide target whose half peak width of the peak (101) of a  $\text{MSi}_2$  phase is 0.7 or less deg is indicated.

[0013]By reducing distortion, the metal silicide target indicated in the above-mentioned gazette aimed at reduction of initial particle, therefore has specified the half peak width in X diffraction intensity measurement. In order that the manufacturing method indicated in this gazette may remove the distortion after mirror surface finish, heat-treating at the temperature of 800-1250 \*\* to the target after processing is indicated.

[0014]This invention is made in order to cope with such a technical problem, and The internal tissue and the internal state of a silicide target, It aims at providing the manufacturing method of the sputtering target which made it possible to control substantially generating of the particle which furthermore originates in the state of a processed surface (especially sputtering surface), etc., and such a sputtering target. It aims at providing the electronic parts which aimed at improvement in a manufacturing yield and quality by using such a sputtering target.

[0015]

[Means for Solving the Problem]In order that this invention persons may control generating of particle considered to originate in above-mentioned internal tissue and an internal state of a silicide target, As a result of repeating various examination, it found out one thing of a



generation factor of particle for which inner residual stress of a silicide target is wide opened at the time of weld slag, and having become.

[0016]Being able to control substantially particle based on opening of inner residual stress by opening remaining stress of a target wide beforehand, this invention persons found out further that an opened condition of this remaining stress could be judged from hardness of a target. That is, it becomes possible by opening remaining stress of a silicide target wide beforehand, and low-hardness-izing a silicide target based on opening of this remaining stress to control substantially particle based on the above-mentioned stress opening.

[0017]In processing a target surface, an yield of particle based on stress opening can be further reduced by applying a processing method which can reduce remaining stress and considering it as a surface state with small remaining stress based on it. Since it has big unevenness and one partial unevenness of a generation cause of particle about a target surface (sputtering surface), it is decreasing such unevenness and it becomes possible to reduce an yield of particle further.

[0018]As this invention was made based on such knowledge and a sputtering target of this invention was indicated to claim 1, general formula: --  $MSi_x$  (the inside of a formula, and M - W, Mo, Ta, Ti, and Zr --) [ Hf and ] at least one sort of elements chosen from nickel and Co -- x -- the number of the ranges of 2-4 -- being shown -- with a metal silicide phase which was constituted by metal silicide expressed and was formed in the shape of a chain. Superfluous Si grain joins together, and is formed and said target is characterized by having the hardness of 1300 or less Hv by Vickers hardness number in a sputtering target which has the fine texture containing Si phase which exists in a gap of said metal silicide phase discontinuously.

[0019]According to the metal silicide target which has such hardness, an yield of particle based on the above-mentioned stress opening can be reduced substantially. In a sputtering target of this invention, it is preferred to make variation in Vickers hardness number of the whole target into less than \*\*20% further.

[0020]As a sputtering target of this invention was further indicated to claim 4, a sputtering surface of said target is characterized by surface roughness expressed with the maximum height  $R_y$  being 2 micrometers or less. As for surface roughness of a sputtering surface of a target, it is preferred to make into the range of -3 - +3 surface roughness which is distorted in addition to the maximum height  $R_y$ , and is expressed with the value  $R_{sk}$ , as indicated to claim 5. By considering it as such a surface state, it becomes possible to reduce an yield of particle further including particle resulting from a state of a sputtering surface.

[0021]As for this invention, a manufacturing method of a sputtering target of this invention is characterized by that a method of manufacturing a sputtering target of above-mentioned this invention comprises the following, as indicated to claim 6.

A process of producing a target material which consists of said metal silicide.

A process of exceeding 1250 \*\*, heat-treating said target material at temperature of 1400 \*\*

or less, and setting hardness of said target material to 1300 or less Hv by Vickers hardness number.

A process of processing a size of a request of said target material.

[0022]Electronic parts of this invention are characterized by having an electrode or wiring which makes a part a metallic silicide thin film formed using a sputtering target of above-mentioned this invention at least, and contains it, as indicated to claim 8. As an example of such electronic parts, a semiconductor device and a liquid crystal display element are mentioned.

[0023]

[Embodiment of the Invention]Hereafter, the gestalt for carrying out this invention is explained.

[0024]The sputtering target of this invention is general formula:  $MSi_x$ . -- It consists of metal silicide expressed with (1) and (x showing the number of the ranges of 2-4 for at least one sort of elements in which M is chosen from W, Mo, Ta, Ti, Zr, Hf, nickel, and Co among a formula).

[0025]Here, the value of x is fundamentally set up from the amount of Si which constitutes  $MSi_2$ , and the superfluous amount of Si. The metal silicide ( $MSi_2$ ) thin film carried out to the value of x being less than two with the purpose cannot be obtained with sufficient reproducibility. On the other hand, when the value of x exceeds 4.0, and there are too many superfluous amounts of Si, resistance becomes high and there is a possibility of having an adverse effect on an element. As for the value of x, it is still more preferred to consider it as the range of 2.5-3.2.

[0026]The metal silicide target by this invention has the fine texture in which Si phase by which superfluous Si grain joined together and was formed in the gap of the  $MSi_2$  phase (metal silicide phase) formed in the shape of a chain was made to exist discontinuously based on the above-mentioned superfluous Si. The integrated state of a  $MSi_2$  interphase can be raised by making Si phase exist in the gap of a  $MSi_2$  phase discontinuously.

[0027]In the sputtering target of this invention, hardness of the metal silicide target which has the fine texture which consists of metal silicide ( $MSi_2$ +Si) containing superfluous Si mentioned above, and contains a  $MSi_2$  phase and Si phase is set to 1300 or less Hv by Vickers hardness number.

[0028]Here, let hardness of the target specified by this invention be the value measured by the method shown below. As shown in drawing 1, namely, for example, the central part (position 1) of a disc-like target, From the periphery near position (positions 2-9) on four straight lines which divided the circumference uniformly through the central part, and the position (positions 10-17) of the distance of 1/the 2. A specimen 10 mm in length and 10 mm in width shall be extracted, respectively, the hardness of the sputtering surface of the

specimen of these 17 points shall be measured by the measuring condition of the Vickers hardness number shown below, and the value which averaged these measured value shall be shown. The variation in the Vickers hardness number of the whole target mentioned later shall show the value calculated based on the formula of  $\{(maximum - minimum) / (maximum + minimum)\} \times 100$  from the maximum and the minimum of the Vickers hardness number for which it asked from the above-mentioned specimen of 17 points.

[0029]The Vickers hardness number in this invention shall show the value measured under test force 500gf, 15 s of time, and the conditions of a room temperature using a Vickers hardness tester. Since the metal silicide target of this invention has a  $MSi_2$  phase of high hardness, and Si phase of low hardness in fine texture as mentioned above, measurement of Vickers hardness number changes a measurement point with one specimen, measures it ten points, and makes the value which averaged it the hardness of each specimen.

[0030]As one of the generation causes of the particle in a metal silicide target, it is mentioned that the inner residual stress of a target is wide opened at the time of weld slag. That is, the remaining stress produced in the making process of a target material or the work process (surface finish-machining is included) to desired shape is wide opened by Ar irradiation energy at the time of weld slag, and destruction, lack, etc. arise with this stress opening in a sputtering surface. The foreign matter produced by destruction, lack, etc. in this sputtering surface mixes as particle into the metal silicide film which formed membranes, and causes a problem.

[0031]The number of particle generated based on stress opening mentioned above becomes possible [ decreasing substantially ] by opening the remaining stress of the metal silicide target wide beforehand, and suppressing stress opening by weld slag energy. As opposed to the target material which the remaining stress of the target was sintered by HOTSU, press (H.P.) processing, and hot isostatic press (HIP) processing, for example, and was produced and which consists of metal silicide, It can decrease substantially by exceeding 1250 \*\* after the sintering, heat-treating at the temperature of 1400 \*\* or less, and softening a surface part at least, namely, setting to 1300 or less Hv Vickers hardness number of the target obtained eventually (stress opening). The same effect can be acquired also by replacing with this heat treatment and holding at a predetermined temperature by the non-energized state at the time of cooling after HP processing or HIP treatment.

[0032]If the temperature of heat treatment for stress opening (softening) exceeds 1400 \*\*, isolation Si will be eluted and it will have an adverse effect on a target organization. On the other hand, stress opening effect sufficient below 1250 \*\* cannot be acquired. In other words, a metal silicide target cannot fully be softened. The range of heat treatment temperature exceeding 1250 \*\* and considering it as 1350 \*\* or less is 1300-1350 \*\* more desirable still more preferably.

[0033]Thus, hardness falls [ the metal silicide target which heat-treated for stress opening ] compared with heat treatment before. And it becomes possible by reducing the hardness of a metal silicide target to control substantially generating of particle based on opening of the

remaining stress at the time of weld slag. The depressor effect of particle based on the fall of hardness can be notably acquired by setting hardness of a metal silicide target to 1300 or less Hv by Vickers hardness number.

[0034]That is, according to the metal silicide target of 1300 or less Hv, the Vickers hardness number based on a measuring method which was mentioned above becomes possible [controlling substantially generating of particle based on stress opening at the time of weld slag]. As for the hardness of a metal silicide target, when heightening the depressor effect of particle further, it is more preferred to be referred to as 1100 or less Hv and 1000 more Hv or less by Vickers hardness number.

[0035]As for the hardness of a metal silicide target, it is preferred to consider it as less than \*\*20% as variation in the Vickers hardness number of the whole target. The variation in Vickers hardness number is defined by the method mentioned above. Thus, the variation in the yield of the particle by each part in a target can be suppressed by reducing the hardness of the whole target on the average. That is, the yield of particle can be controlled as the whole metal silicide target, and a more nearly quality metallic silicide thin film can be obtained. As for the variation in the Vickers hardness number as the whole target, it is more preferred to consider it as less than \*\*15% and less than \*\*10 more%.

[0036]In the sputtering target (metal silicide target) of this invention, it is preferred that the surface roughness of a sputtering surface shall be 2 micrometers or less with the maximum height Ry. As for the surface roughness of a sputtering surface, it is still more preferred to make into the range of -3 - +3 surface roughness expressed with the distortion value Rsk in addition to the maximum height Ry.

[0037]That is, the size of the remaining stress of a target surface changes greatly with surface processing methods. In the method of shaving off the workpiece like the conventional surface grinding with the hard abrasive grain of the grinding stone which is carrying out the high velocity revolution, many grinding marks, omission holes, minute cracks, etc. occur in a processed surface, and big remaining stress occurs.

[0038]On the other hand, after machining a target material into a desired size, a processed surface can be smoothed by finishing the surface by wrapping processing, polishing processing, CMP, etc., and it becomes possible to reduce the remaining stress of a target surface (especially sputtering surface). In other words, with the maximum height Ry, the surface roughness of a sputtering surface becomes possible [suppressing the generating of remaining stress itself] by processing a target surface, as it is distorted further and 2 micrometers or less become the range of -3 - +3 with the value Rsk. Therefore, the occurrences of the particle at the time of weld slag membrane formation can be further reduced by considering it as a range which mentioned the surface roughness of the sputtering surface above.

[0039]The big unevenness which exists in a sputtering surface serves as a generation cause of particle in itself. Namely, the particle resulting from the state of the sputtering surface of a metal silicide target, Abnormal discharge arises based on existence of

comparatively big unevenness, and it is because a heights tip falls out by this abnormal discharge, a massive foreign matter is generated or the abnormal discharge itself generates detailed dust. Therefore, it becomes possible to control generating of the particle resulting from the state of a sputtering surface by removing the big unevenness leading to abnormal discharge which was described above.

[0040]Here, the maximum height  $R_y$  expresses the greatest concavo-convex height that exists in the surface. Only the base line  $L$  is sampled in the direction of that mean line from a roughness curve, and, specifically, it is expressed with the sum ( $R_y = Y_p + Y_v$ ) of the height ( $Y_p$ ) from the mean line of this sampling portion to the highest summit of the mountain, and the depth ( $Y_v$ ) to the lowest bottom of a valley. That such the maximum height  $R_y$  shall be 2 micrometers or less, i.e., by removing big unevenness from a sputtering surface, it becomes possible to control generating of particle further. As for the maximum height  $R_y$  of a sputtering surface, it is more preferred to be referred to as 1.5 micrometers or less and 1 more micrometer or less.

[0041]To JP,5-214523,A mentioned above, it is indicated as one index of a surface treatment state that arithmetic-mean-roughness  $R_a$  shall be 0.05 micrometer or less. However, since surface roughness  $R_a$  is the value which equalized the roughness curve, even if some big unevenness exists in the sputtering surface, it cannot be judged from a  $R_a$  value. Therefore, abnormal discharge which was described above cannot be controlled with sufficient reproducibility only by regulation of such surface roughness.

[0042]The distortion value  $R_{sk}$  is a value showing distortion of the surface, and between the highest summit of the mountain of the roughness curve called an amplitude distribution curve and the lowest bottom of a valley is divided at equal intervals, To what plotted the height direction ( $Y$ ) of the roughness curve for the ratio of the number of data ( $n$ ) and the total data number ( $N$ ) which exist in the field in two parallel lines for the vertical axis on the horizontal axis, the bias of a sliding direction is expressed and it is expressed by the following (2) types.

[0043]

[Formula 1]

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3} \cdot \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n Y_i^3 \quad \dots(2)$$

(式中、 $R_q$  は二乗平均粗さである)

When the above-mentioned distortion value  $R_{sk}$  shows the value of plus, it expresses that it is mountainous up to the whole, and when the value of minus is shown, it expresses caudad that there are many craters. When such a distortion value  $R_{sk}$  exceeds +3, or in being smaller than -3, based on a concavo-convex bias, the occurrences of the particle resulting from the state of a sputtering surface increase. In other words, it becomes possible by making the distortion value  $R_{sk}$  of a sputtering surface into the range of -3 - +3 to reduce the number of particles generations further. As for the distortion value  $R_{sk}$  of a sputtering surface, it is more preferred the range of -1 - +1 and to consider it as the range of

-0.5-+0.5 further.

[0044]The surface roughness of the sputtering surface specified by this invention makes each surface roughness of the sputtering surface of a sputtering target, i.e., maximum height  $R_y$ , and the distortion value  $R_{sk}$  the value measured by the following methods, respectively. As shown in drawing 1, for example, the central part (position 1) of a disc-like target, From the periphery near position (positions 2-9) on four straight lines which divided the circumference uniformly through the central part, and the position (positions 10-17) of the distance of 1/the 2. A specimen 10 mm in length and 10 mm in width is extracted, respectively, each surface roughness of the sputtering surface of the specimen of these 17 points is measured with the stylus method of a conventional method, and these each measured value is averaged, respectively. Let each of these average value be each surface roughness of a sputtering surface.

[0045]The sputtering target which consists of metal silicide of this invention can be manufactured as follows, for example.

[0046]That is, the M yuan prime powder and Si powder which serve as a raw material first are mixed so that it may become desired composition ratio. When the particle diameter in the end of these precursor powder (maximum droplet size) acquires the good mixed state, it is preferred to be referred to as 10 micrometers or less. It heat-treats at the temperature according to M element to such powder mixture, and metal silicide ( $MSi_x = MSi_2 + Si_{x-2}$ ) is compounded.

[0047]Subsequently, the above-mentioned temporary-quenching object of metal silicide is pulverized, and it is considered as metal silicide powder. The type for molding made from black lead is filled up with the obtained metal silicide powder, and a hotpress is carried out. Or HIP treatment is performed to metal silicide powder. Although it is good also as the end of precursor powder to add Si powder to the obtained metal silicide powder for presentation adjustment, when equalizing a target organization, it is preferred to use alone the metal silicide powder obtained by the synthetic reaction as the end of precursor powder.

[0048]Next, heat treatment for being softening and heat treatment which in other words is for opening of remaining stress are performed to the target material (metal silicide sintered compact) obtained by the sintering process. As for this heat treatment, it is preferred to exceed 1250 \*\* and to carry out at the temperature of 1400 \*\* or less in the vacuum below  $7 \times 10^{-2}$  Pa. Isolation Si will be eluted, if heat treatment temperature exceeds 1400 \*\* as mentioned above. On the other hand, it cannot be made to fully soften below 1250 \*\*. As for heat treating time, it is preferred to carry out for about 2 to 10 hours. It is desirable to consider it as 3 to 7 hours and further 4 to 6 hours more preferably.

[0049]Then, it is machined to the heat-treated target material, and is considered as a desired target size, and a sputtering surface is finish-machined further. It is preferred to apply wrapping processing, polishing processing, CMP, etc. to the surface treatment of this sputtering surface, as mentioned above. Since polishing quantity of these finish-machining

decreases in order of wrapping, polishing, and CMP, the detailed nature of a machined surface (sputtering surface) improves, and remaining stress also becomes small. These can also be used together. As for a surface-finish process, it is preferred that the surface roughness of a sputtering surface carries out with the maximum height  $R_y$  so that it may be distorted further and 2 micrometers or less may become the range of  $-3 - +3$  with the value  $R_{sk}$  as mentioned above.

[0050]

[Example]Next, the concrete example of this invention is described.

[0051]Example 1 -- first, the high grade W powder of about 10 micrometers of maximum droplet sizes and the Si powder of 30 micrometers or less of maximum droplet sizes were blended so that atomic ratio (x) of Si/W might be set to 2.8, and it mixed for 48 hours with the ball mill which replaced this with high grade Ar gas. The temporary-quenching object acquired by carrying out silicide reaction heat treatment of this powder mixture on conditions ( $1200^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h}$ ) was pulverized on 96-h conditions, and W silicide powder was obtained. After being filled up with this W silicide powder in the type for molding made from black lead, it set in the hot press device, and eburnation sintering was performed by the heat treatment condition ( $1380^{\circ}\text{C} \times 5 \text{ h}$ ), impressing the pressure of 34MPa in the vacuum below  $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ .

[0052]Subsequently, softening heat treatment was performed on conditions ( $1300^{\circ}\text{C} \times 2 \text{ h}$ ) in the vacuum of  $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$  to W silicide sintered compact (target material).

[0053]Then, after machining heat-treated W silicide sintered compact into a desired target size, surfacing of the sputtering surface was carried out by polishing processing. When the surface roughness of the sputtering surface after finish-machining was measured with the stylus method using Thera Hobson S4C, the maximum height  $R_y$  was 1.08 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  was  $-0.5$ .

[0054]Thus, it set in the sputtering system, after joining obtained W silicide target (127 mm [in diameter]  $\times$  6 mm in thickness) to the back up plate made from Cu. 200-nm-thick W silicide film was formed on a 5-inch Si wafer using such a sputtering system. The sputtering condition was set to Ar pressure = 0.2Pa, Ar flow = 80sccm, and Power = 0.5kW. Weld slag membrane formation was performed in order to the Si wafer of 24 sheets, the number of particle of 0.2 micrometers or more which exists in W silicide film on each Si wafer was counted, and the average value was calculated. As a result, the number of particle of 0.2 micrometers or more was five pieces/sheet.

[0055]W silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, and it measured with the Vickers hardness tester (Shimazu micro hardness tester: HMV-2000) in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of W silicide target was 950Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 5%.

[0056]As opposed to W silicide sintered compact produced on the same conditions as example 2 Example 1, After performing softening heat treatment on conditions (1250 °C x 2 h) in the vacuum of  $5 \times 10^{-2}$  Pa, the desired target size was machined, the sputtering surface was further finish-machined by CMP (Chemical Mechanical Polishing), and it was considered as W silicide target. As for the surface roughness of this sputtering surface, 1.57 micrometers and the distortion value Rsk of the maximum height Ry were -0.8.

[0057]Thus, obtained W silicide target (127 mm[ in diameter ] x6 mm in thickness) is used, When the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which forms W silicide film on the same conditions as Example 1, and exists in W silicide film was counted, the number of particle of 0.2 micrometers or more was ten pieces/sheet.

[0058]W silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of W silicide target was 1020Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 10%.

[0059]After machining into a desired target size the sintered compact of W silicide produced on the same conditions as the comparative example 1 and two Examples 1, surfacing of the sputtering surface was carried out by the grinding process, and it was considered as W silicide target (comparative example 1). The maximum height Ry was 3.12 micrometers and the distortion value Rsk of the surface roughness of this sputtering surface was +4.2. Apart from this, the sputtering surface was finish-machined on the same conditions as Example 1, and it was considered as W silicide target (comparative example 2). The surface roughness of this sputtering surface was almost equivalent to Example 1, the maximum height Ry was 1.23 micrometers and the distortion value Rsk was -0.8. Neither has performed softening heat treatment to W silicide target by these comparative examples 1 and 2.

[0060]Thus, using the obtained W silicide each target (127 mm[ in diameter ] x6 mm in thickness), W silicide film was formed on the same conditions as Example 1, and the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which exists in W silicide film was counted. As a result, in the comparative example 1, the number of particle of 0.2 micrometers or more of the number of particle of 0.2 micrometers or more was 60 pieces/sheet at 72 pieces/sheet and the comparative example 2.

[0061]W silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, respectively, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of these targets above. As a result, the Vickers hardness number of W silicide target of the comparative example 1 was 1490Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 12%. The Vickers hardness number of W silicide target of the comparative example 2 was 1390Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 25%.

[0062]Example 3 -- first, the high grade Mo powder of about 20 micrometers of maximum droplet sizes and the Si powder of 30 micrometers or less of maximum droplet sizes were



blended so that atomic ratio (x) of Si/Mo might be set to 2.7, and it mixed for 48 hours with the ball mill which replaced this with high grade Ar gas. The temporary-quenching object acquired by carrying out silicide reaction heat treatment of this powder mixture on conditions (1150 °C x 1 h) was pulverized on 96-h conditions, and Mo silicide powder was obtained. After being filled up with this Mo silicide powder in the type for molding made from black lead, it set in the hot press device, and eburnation sintering was performed by the heat treatment condition (1350 °C x 5 h), impressing the pressure of 34MPa in the vacuum below  $5 \times 10^{-4}$  Pa.

[0063]Subsequently, softening heat treatment was performed on conditions (1200 °C x 2 h) in the vacuum of  $5 \times 10^{-2}$  Pa to Mo silicide sintered compact (target material).

[0064]Then, the target size of the request of the heat-treated sintered compact of Mo silicide was machined, and surfacing of the sputtering surface was further carried out by polishing processing. When the surface roughness of the sputtering surface after finish-machining was measured by the above-mentioned method, the maximum height  $R_y$  was 1.28 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  was -0.2.

[0065]Thus, it set in the sputtering system, after joining obtained Mo silicide target (127 mm [ in diameter ] x 6 mm in thickness) to the back up plate made from Cu. 200-nm-thick Mo silicide film was formed on a 5-inch Si wafer using such a sputtering system. a sputtering condition -- Ar pressure = 0.2 Pa and Ar flow = -- Power = 0.5 kW was carried out 80 sccm. Weld slag membrane formation was performed in order to the Si wafer of 24 sheets, the number of particle of 0.2 micrometers or more which exists in Mo silicide film on each Si wafer was counted, and the average value was calculated. As a result, the number of particle of 0.2 micrometers or more was 19 pieces/sheet.

[0066]Mo silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of Mo silicide target was 1020Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 10%.

[0067]As opposed to Mo silicide sintered compact produced on the same conditions as example 4 Example 3, After performing softening heat treatment on conditions (1350 °C x 4 h) in the vacuum of  $5 \times 10^{-2}$  Pa, the desired target size was machined, the sputtering surface was further finish-machined by CMP, and it was considered as Mo silicide target. As for the surface roughness of this sputtering surface, 1.18 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  of the maximum height  $R_y$  were -0.5.

[0068]Thus, obtained Mo silicide target (127 mm [ in diameter ] x 6 mm in thickness) is used, When the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which forms Mo silicide film on the same conditions as Example 3, and exists in Mo silicide film was counted, the number of particle of 0.2 micrometers or more was 14 pieces/sheet.

[0069]Mo silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned

manufacturing conditions was prepared, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of Mo silicide target was 998Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 14%.

[0070]After machining into a desired target size the sintered compact of Mo silicide produced on the same conditions as the comparative example 3 and four Examples 3, surfacing of the sputtering surface was carried out by the grinding process, and it was considered as Mo silicide target (comparative example 3). The maximum height  $R_y$  was 2.1 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  of the surface roughness of this sputtering surface was -4.1. Apart from this, the sputtering surface was finish-machined on the same conditions as Example 3, and it was considered as Mo silicide target (comparative example 4). The surface roughness of the sputtering surface was almost equivalent to Example 3, the maximum height  $R_y$  was 1.31 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  was -1.5. Neither has performed softening heat treatment to Mo silicide target by these comparative examples 3 and 4.

[0071]Thus, using each obtained Mo silicide target (127 mm[ in diameter ] x6 mm in thickness), Mo silicide film was formed on the same conditions as Example 3, and the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which exists in Mo silicide film was counted. As a result, in the comparative example 3, the number of particle of 0.2 micrometers or more of the number of particle of 0.2 micrometers or more was 85 pieces/sheet at 174 pieces/sheet and the comparative example 4.

[0072]Mo silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, respectively, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of these targets above. As a result, the Vickers hardness number of Mo silicide target of the comparative example 3 was 1320Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 18%. The Vickers hardness number of Mo silicide target of the comparative example 4 was 1400Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 25%.

[0073]Example 5 -- first, the high grade Ta powder of about 20 micrometers of maximum droplet sizes and the Si powder of 30 micrometers or less of maximum droplet sizes were blended so that atomic ratio (x) of Si/Ta might be set to 2.6, and it mixed for 48 hours with the ball mill which replaced this with high grade Ar gas. The temporary-quenching object acquired by carrying out silicide reaction heat treatment of this powder mixture on conditions (1250 °C x 0.5 h) was pulverized on 96-h conditions, and Ta silicide powder was obtained. After being filled up with this Ta silicide powder in the type for molding made from black lead, it set in the hot press device, and eburnation sintering was performed by the heat treatment condition (1400 °C x 5 h), impressing the pressure of 34MPa in the vacuum below  $5 \times 10^{-4}$  Pa.

[0074]Subsequently, softening heat treatment was performed on conditions (1350 °C x 2 h)

in the vacuum of  $5 \times 10^{-2}$  Pa to Ta silicide sintered compact (target material).

[0075] Then, the target size of the request of heat-treated Ta silicide sintered compact was machined, and surfacing of the sputtering surface was further carried out by polishing processing. When the surface roughness of the sputtering surface after finish-machining was measured by the above-mentioned method, the maximum height  $R_y$  was 1.14 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  was +2.3.

[0076] Thus, it set in the sputtering system, after joining obtained Ta silicide target (127 mm [ in diameter ] x 6 mm in thickness) to the back up plate made from Cu. 200-nm-thick Ta silicide film was formed on a 5-inch Si wafer using such a sputtering system. The sputtering condition was set to Ar pressure = 0.2 Pa, Ar flow = 80 sccm, and Power = 0.5 kW. Weld slag membrane formation was performed in order to the Si wafer of 24 sheets, the number of particle of 0.2 micrometers or more which exists in Ta silicide film on each Si wafer was counted, and the average value was calculated. As a result, the number of particle of 0.2 micrometers or more was ten pieces/sheet.

[0077] Ta silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of Ta silicide target was 1270 Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 15%.

[0078] As opposed to Ta silicide sintered compact produced on the same conditions as example 6 Example 5, After performing softening heat treatment on conditions (1300 °C x 4 h) in the vacuum of  $5 \times 10^{-2}$  Pa, the desired target size was machined, the sputtering surface was further finish-machined by CMP, and it was considered as Ta silicide target. As for the surface roughness of this sputtering surface, 1.05 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  of the maximum height  $R_y$  were +1.4.

[0079] Thus, obtained Ta silicide target (127 mm [ in diameter ] x 6 mm in thickness) is used, When the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which forms Ta silicide film on the same conditions as Example 5, and exists in Ta silicide film was counted, the number of particle of 0.2 micrometers or more was 16 pieces/sheet.

[0080] Ta silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of this target above. As a result, the Vickers hardness number of Ta silicide target was 1250 Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 5%.

[0081] After machining into a desired target size the sintered compact of Ta silicide produced on the same conditions as the comparative example 5 and six Examples 5, surfacing of the sputtering surface was carried out by the grinding process, and it was considered as Ta silicide target (comparative example 5). The maximum height  $R_y$  was 2.1 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  of the surface roughness of this sputtering

surface was +5.4. Apart from this, the sputtering surface was finish-machined on the same conditions as Example 5, and it was considered as Ta silicide target (comparative example 6). The surface roughness of the sputtering surface was almost equivalent to Example 5, the maximum height  $R_y$  was 1.41 micrometers and the distortion value  $R_{sk}$  was +0.9. Neither has performed softening heat treatment to Ta silicide target by these comparative examples 5 and 6.

[0082] Thus, using each obtained Ta silicide target (127 mm[ in diameter ] x6 mm in thickness), Ta silicide film was formed on the same conditions as Example 5, and the number of particle of 0.2 micrometers or more (average value) which exists in Ta silicide film was counted. As a result, in the comparative example 5, the number of particle of 0.2 micrometers or more of the number of particle of 0.2 micrometers or more was 88 pieces/sheet at 108 pieces/sheet and the comparative example 6.

[0083] Ta silicide target produced on the same conditions as the above-mentioned manufacturing conditions was prepared, respectively, and it measured in accordance with the method which mentioned the hardness of these targets above. As a result, the Vickers hardness number of Ta silicide target of the comparative example 5 was 1574Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 35%. The Vickers hardness number of Ta silicide target of the comparative example 6 was 1500Hv, and the variation in the Vickers hardness number as the whole target was 32%.

[0084] It checked that the yield and quality of a semiconductor device and a liquid crystal display element could be raised using the silicide target by each above-mentioned example by forming the electrode of a semiconductor device and a liquid crystal display element, and wiring. That is, quality electronic parts can be obtained by high yield.

[0085]

[Effect of the Invention] As explained above, according to the sputtering target of this invention, generating of the particle resulting from the remaining stress of a target can be controlled substantially, and generating of the particle which originates in the gestalt of a sputtering surface, etc. further can also be controlled. Therefore, it becomes possible to raise substantially the quality of the metallic silicide thin film used as wiring of the electronic parts represented by a semiconductor device, liquid crystal display element, etc., an electrode, an element composition film, etc.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]It is a figure for explaining the measuring method of the hardness in the sputtering target of this invention, and surface roughness.

---

[Translation done.]

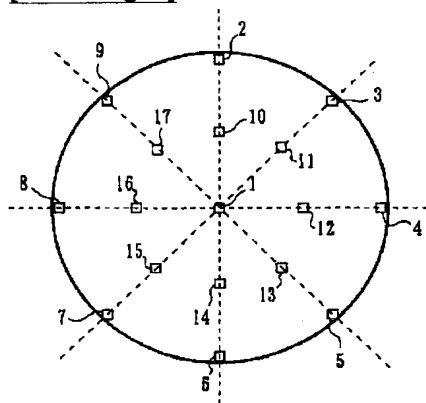
### \* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### DRAWINGS

[Drawing 1]



[Translation done.]

\* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CORRECTION OR AMENDMENT**

---

[Kind of official gazette]Printing of amendment by the regulation of 2 of Article 17 of Patent Law

[Section classification] The 4th classification of the part III gate

[Publication date]May 17, Heisei 19 (2007.5.17)

[Publication No.]JP,2001-303243,A (P2001-303243A)

[Date of Publication]October 31, Heisei 13 (2001.10.31)

[Application number]Application for patent 2000-128359 (P2000-128359)

[International Patent Classification]

*C23C 14/34 (2006. 01)*

*H01L 21/203 (2006. 01)*

*H01L 21/28 (2006. 01)*

*H01L 21/285 (2006. 01)*

*C22C 28/00 (2006. 01)*

[FI]

C23C 14/34 A

H01L 21/203 S

H01L 21/28 301 S

H01L 21/285 S

C22C 28/00 Z

[Written amendment]

[Filing date]March 22, Heisei 19 (2007.3.22)

[Amendment 1]

[Document to be Amended]Specification

[Item(s) to be Amended]The name of an invention

[Method of Amendment]Change

[The contents of amendment]

[Title of the Invention]A sputtering target, its manufacturing method, and a metallic silicide thin film and electronic parts

[Amendment 2]

[Document to be Amended]Specification

[Item(s) to be Amended]Claim

[Method of Amendment]Change

[The contents of amendment]

[Claim(s)]

[Claim 1]A general formula:  $MSi_x$  (x shows the number of the ranges of 2-4 for at least one sort of elements in which M is chosen from W, Mo, Ta, Ti, Zr, Hf, nickel, and Co among a formula)

In a sputtering target which has the fine texture containing a metal silicide phase which came out, and was constituted by metal silicide expressed, and was formed in the shape of a chain, and Si phase which superfluous Si grain joins together, is formed and exists in a gap of said metal silicide phase discontinuously,

A sputtering target which carries out the feature of said target having the hardness of 1300 or less Hv by Vickers hardness number.

[Claim 2]In the sputtering target according to claim 1,

A sputtering target which carries out the feature of Vickers hardness number of said target being 1100 or less Hv.

[Claim 3]In the sputtering target according to claim 1 or 2,

A sputtering target which carries out the feature of variation in Vickers hardness number of said whole target being less than \*\*20%.

[Claim 4]In a sputtering target of claim 1 thru/or claim 3 given in any 1 paragraph,

A sputtering target, wherein surface roughness to which a sputtering surface of said target is expressed with the maximum height  $R_y$  is 2 micrometers or less.

[Claim 5]In a sputtering target of claim 1 thru/or claim 4 given in any 1 paragraph,

A sputtering target in which surface roughness to which a sputtering surface of said target is expressed with the distortion value  $R_{sk}$  is characterized by being the range of -3 - +3.

[Claim 6]It is how to manufacture the sputtering target according to claim 1,

A process of producing a target material which consists of said metal silicide,

A process of exceeding 1250 \*\*, heat-treating said target material at temperature of 1400 \*\* or less, and setting hardness of said target material to 1300 or less Hv by Vickers hardness number,

A process of processing a size of a request of said target material

A manufacturing method of a providing sputtering target.

[Claim 7]In a manufacturing method of the sputtering target according to claim 6,

A manufacturing method of a sputtering target characterized by processing the surface of



said target material by a work process of said target material so that surface roughness of a sputtering surface may be set to 2 micrometers or less with the maximum height  $R_y$  and may serve as the range of  $-3 - +3$  with the distortion value  $R_{sk}$ .

[Claim 8]A metallic silicide thin film forming using a sputtering target of claim 1 thru/or claim 5 given in any 1 paragraph.

[Claim 9]Electronic parts having an electrode or wiring which makes a part the metallic silicide thin film according to claim 8 at least, and contains it.

[Claim 10]In the electronic parts according to claim 9,  
Electronic parts being semiconductor devices.

[Claim 11]In the electronic parts according to claim 9,  
Electronic parts being liquid crystal display elements.

[The amendment 3]

[Document to be Amended]Specification

[Item(s) to be Amended]0001

[Method of Amendment]Change

[The contents of amendment]

[0001]

[Field of the Invention]

This invention relates to the sputtering target which consists of metal silicide, its manufacturing method, and the metallic silicide thin film and electronic parts which were formed using it.

[Amendment 4]

[Document to be Amended]Specification

[Item(s) to be Amended]0022

[Method of Amendment]Change

[The contents of amendment]

[0022]

The metallic silicide thin film of this invention is characterized by being formed using the sputtering target of above-mentioned this invention, as indicated to claim 8. The electronic parts of this invention are characterized by having the electrode or wiring which makes a part the metallic silicide thin film of this invention at least, and contains it, as indicated to claim 9. As an example of such electronic parts, a semiconductor device and a liquid crystal display element are mentioned.

---

[Translation done.]